

with BzCl in PhCl containing K₂CO₃, I (R = H, R₁ = Bz) (91%) was formed.

=> s 79:6796/dn
L7 1 79:6796/DN

=> d 17 bib,abs

L7 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN
AN 1973:406796 CAPLUS
DN 79:6796
TI 5,8-Dimethylpyrazolanthrone
IN Arient, Josef
SO Czech., 3 pp.
CODEN: CZXXA9
DT Patent
LA Czech
FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	CS 146895		19730115	CS 1971-1065	19710212
AB	5,8-Dimethylpyrazolanthrone (I) [40537-86-8] was prepared in 89% yield by diazotization of 5,8-dimethyl-1-aminoanthraquinone in nitrosyl sulfuric acid, isolation of the diazonium sulfate, reduction with NaHSO ₃ in alkaline solution, and cyclization of the K 5,8-dimethylantraquinone-1-(hydazinedisulfonate) in concentrated H ₂ SO ₄ .				

=> logoff
ALL L# QUERIES AND ANSWER SETS ARE DELETED AT LOGOFF
LOGOFF? (Y)/N/HOLD:y
COST IN U.S. DOLLARS

	SINCE FILE	TOTAL
	ENTRY	SESSION
FULL ESTIMATED COST	33.58	33.79

	SINCE FILE	TOTAL
	ENTRY	SESSION
DISCOUNT AMOUNTS (FOR QUALIFYING ACCOUNTS)		
CA SUBSCRIBER PRICE	-5.11	-5.11

STN INTERNATIONAL LOGOFF AT 16:02:20 ON 10 FEB 2005

ATTORNEY DOCKET NUMBER: 9516-186-999
SERIAL NUMBER: 10/578,809
REFERENCE: B01

K00009131

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

PATENTOVÝ SPIS 146895

Průvo k využití vynálezu přísluší státu
podle § 3 odst. 8 zák. č. 34/1957 Sb.



ORAD PRO PATENTY
A VYNÁLEZY

Přihlášeno 12. II. 1971 (PV 1065-71)

Vyloženo 28. II. 1972

Vydáno 15. I. 1973

INTERNATIONAL PATENTING
IN SCIENCE AND INVENTION
14 MAR 1973

PT 22 b 3/13

MPT C 09 b 5/04

DT 000.012.55

Dr. ing. JOSEF ARIENT, DrSc., PARDUBICE

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu redukcí diazotovaného 5,8-dimetyl-1-aminoentrachinonu.

Přesto, že příprava samotného nealkylovaného pyrazolantronu je předmětem řady vědeckých i patentových prací, příprava jeho C-alkylderivátů není popsána. Jeho 5,8-dimetylderivát připravený podle tohoto vynálezu má obdobné chemické vlastnosti jako základní pyrazolantron, v důsledku působení svých alkylových skupin zlepšuje v barvivách jejich koloristické vlastnosti.

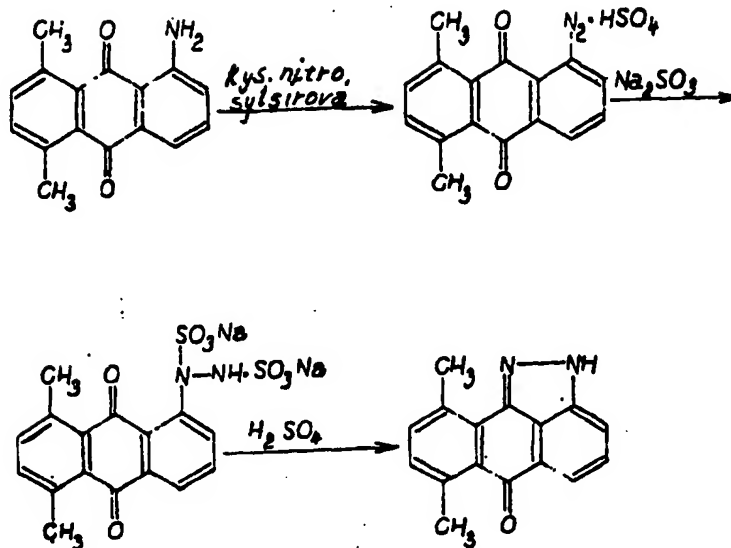
Způsobem podle tohoto vynálezu se 5,8-

2

dimetylpyrazolantron připravuje z 5,8-dimetyl-1-aminoentrachinonu diazotací a následující redukcí. Diazotace se provádí kyselinou nitrosylovou. Vzniklý diazoniumsulfát se redukuje se stříkáním sodným na 5,8-dimetylenentrachinonyl-1-hydrazindsulfon, který se z vodného roztoku izoluje ve formě draselné soli. Zahřátím v prostředí kyseliny sírové se hydrazindsulfonem draselný hydrolyzuje a přechodně vzniklý dimetylenentrachinonyl-1-hydrazin se současně cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

146895

BEST AVAILABLE COPY



Všechny reakční stupně probíhají hladce a kvalita dimethylpyrazolantronu je postačující pro přípravu většiny barviv. Produkt je možno přetěžit sublimací.

Příklad

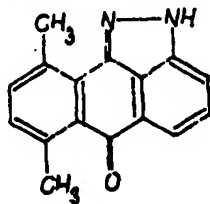
Do 150 g 94% kyseliny sírové se vnese za míchání 7,2 g dusičnanu sodného při maximální teplotě 40 °C. Po úplném rozpuštění se nitrosylová kyselina ochladí na 15–17 °C a vnese se do ní 22,3 g 5,8-dimethyl-1-aminofenanthronu. Zvolna se zahřeje na 30–35 °C a za míchání se udržuje na této teplotě 4 hodiny. Po ukončení diazotace (zkouška na Kj-škrobový papírek) se reakční směs vlije do 400 ml vody a 200 g ledu při teplotě 25 °C. Vyloučený diazoniumsulfát se odfiltruje na mříž a třikrát promyje 20 ml 30% roztoku kuchyňské soli. První promývací podíl se jímá k hlavnímu filtrátu, ostatní se zpracují jako odpadní vody. K filtrátu (celkový objem 800 ml) se přidá 80 g kuchyňské soli a 5 g chloridu zinečnatého. Vyloučená podvojná sůl diazolatky se chloridem zinečnatým se odfiltruje, promyje asi 50 ml konc. roztoku NaCl a

přidá k hlavnímu podílu. Pasta diazolatky se vnese během 1 hodiny do roztoku sířičtanu sodného připraveného smíšením 31,2 g NaHSO_3 ve formě 78 g 40% roztoku s 30 ml 10N louhu sodného, 450 ml vody a 50 g ledu. Teplota během vnašení diaza je 17 až 30 °C. Míchá se přes noc, roztok musí být stále alkalický na brilant. Přítí den se zahřeje na 75 °C. Po rozpuštění všech komponent se přidá 3 g aktivního uhlí a roztok se za tepla skleruje. Aktivní uhlí se na filtru promyje teplou vodou, filtrát se za tepla vysolí 70 g KCl a ponechá se zvolna vychladnout na 20 °C. Vyloučená draselná sůl hydrazinsulfonátu se odsaje a suší ve vakuu při 50–60 °C. Vysušený produkt se zvolna a za míchání vnese do 240 g kyseliny sírové konc. při teplotě 40–50 °C a na této teplotě se vzniklý roztok udržuje 6–7 hodin. Teplota se zvýší na 90–95 °C a po 1hodinovém zahřívání na této teplotě se ochladí na 75 °C. Přikape se 240 ml vody, přitom se teplota udržuje na 80 °C. Ochladí se na 25 °C a vyloučený dimethylpyrazolantron se odfiltruje na fritě. Promyje se vodou do neutrální reakce a suší ve vakuu při 100 °C. Výtěžek je 19,8 g 88% produktu.

148888

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantro-
nu vzorce



vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminotrachinon se diazotuje dusičnanem sodným v prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová sůl se redukuje roztokem stříčtanu sodného v alkalickém prostředí a redukční produkt se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-hydrázindisulfonem draselným, který se koncentrovanou kyselinou sírovou při 80–95 °C cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

Severgrafin, a. s., provozovna 22 Most

JAN 29 2001 10:59

800 421 5385 PAGE 04

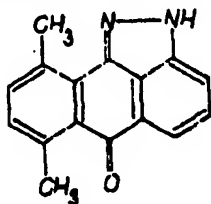
BEST AVAILABLE COPY

K00009131

148888

PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantro-
nu vzorce



vymačeny tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoant-
rachinon se diazotuje dusičnanem sodným v
prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová
sůl se redukuje roztokem stříčitanu sodného
v alkalickém prostředí a redukční produkt
se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-
hydrazindisulfonem draselným, který se kon-
centrovanou kyselinou sírovou při 90–95 °C
cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

Severograf, a. s., provozovna 33 Most

JAN 29 2001 10:59

820 421 5365 PAGE.04

BEST AVAILABLE COPY

K00009131